



#2

REC'D 15
WIPO PCT

PCT/FR 00/01809

BREVET D'INVENTION

9
CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 05 JUL 2000

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ
PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS Cédex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30

•

✓

8

1

60

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réserve à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES : **29 JUIN 1999**
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL : **9908591**
DÉPARTEMENT DE DÉPÔT : **LY**
DATE DE DÉPÔT : **29 JUIN 1999**

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

☒ brevet d'invention

☐ demande divisionnaire

☐ certificat d'utilité

☐ transformation d'une demande de brevet européen

☐ demande initiale

☐ brevet d'invention

n° du pouvoir permanent : **07046**

références du correspondant : **R 99075**

téléphone : **04.72.93.69.52**

☐ certificat d'utilité n°

date

Établissement du rapport de recherche

☐ différé

☒ immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

☐ oui

☒ non

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN

code APE-NAF

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES

Forme juridique

**Société par actions
simplifiée**

Nationalité (s)

Française

Adresse (s) complète (s)

**25, quai Paul Doumer
92408 COURBEVOIE CEDEX**

Pays

FRANCE

En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre ☐

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

☐ oui

☒ non

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

☐ requise pour la 1ère fois

☐ requise antérieurement au dépôt

joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIVISIONS

antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire)

Jean-Pierre ESSON

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION : SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI

D. GIRAUD

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1.. / 1..
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 113 W / 260899

V s références pour ce dossier (facultatif)		R 99075	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		9908551	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE			
LE(S) DEMANDEUR(S) : RHODIA FIBER AND RESIN INTERMEDIATES			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		FELIX	
Prénoms		Albert	
Adresse	Rue	79, rue du 8 mai 1945	
	Code postal et ville	69100	VILLEURBANNE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		ROQUES	
Prénoms		Yves	
Adresse	Rue	9, rue d'Hanoï	
	Code postal et ville	69100	VILLEURBANNE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)			
Jean-Pierre ESSON			

La présente invention est relative à un système comportant un satellite à antenne radiofréquence.

DOMAINE GENERAL ET ETAT DE LA TECHNIQUE

5

L'invention concerne de façon générale toutes les applications satellites nécessitant de grandes antennes radiofréquences (télécommunications, radionavigation, écoute, observations RF active ou passive, etc.), quelque soit l'orbite (basse ou géostationnaire) utilisée.

10

Il a déjà été proposé une structure de satellite dans laquelle l'antenne radio-fréquence est utilisée pour se comporter comme une lentille radioélectrique par rapport à un cornet d'émission ou de réception radio-fréquence qui est également porté par le satellite et qui est situé au nadir de ladite antenne et à une certaine distance de celle-ci.

15

A la réception comme à l'émission, le rôle de l'antenne y est de focaliser les signaux RF qu'elle reçoit, sur le cornet ou vers la terre.

Une telle structure de satellite permet une forte tolérance aux déformations de l'antenne, pourvu toutefois que le faisceau d'antenne reste dans une direction proche de celle de l'illumination d'émission ou de
20 réception du cornet ou bien que l'éloignement de la source soit grand par rapport aux dimensions de l'antenne.

On comprend qu'une telle structure de satellite est d'un intérêt très limité pour de très grandes antennes car il faut alors placer le cornet au bout d'un très grand mât.

25

PRESENTATION DE L'INVENTION

Un but de l'invention est de proposer un système à satellite à antenne radio-fréquence qui ne soit pas limité par la taille des antennes et
30 qui permette une forte tolérance aux déformations.

La solution selon l'invention est un système comportant une antenne radio-fréquence placée sur une orbite autour de la terre, ainsi que des moyens illuminateurs d'émission et/ou de réception également en orbite

autour de la terre situés sur au moins un satellite distinct de celui portant l'antenne l'antenne se trouvant dans le champ d'illumination desdits moyens, caractérisé en ce que l'antenne est apte à dévier les signaux radio-fréquence correspondant à un ou plusieurs canaux émis par les moyens
 5 illuminateurs pour les renvoyer vers la terre selon un ou plusieurs faisceaux et/ou à dévier les signaux radio-fréquence correspondant à un ou plusieurs faisceaux émis de la terre pour les renvoyer vers les moyens illuminateurs selon un ou plusieurs canaux.

L'invention concerne également un système dont les moyens
 10 illuminateurs sont portés par au moins un satellite sensiblement sur la même orbite que celui portant l'antenne.

L'antenne fonctionne comme un prisme qui dévie les signaux pour assurer un rayonnement plutôt vertical (vers la terre) à partir d'une illumination horizontale (quand les moyens illuminateurs sont sensiblement
 15 sur la même orbite).

L'invention est avantageusement complétée par les différentes caractéristiques suivantes, prises seules ou selon toutes leurs combinaisons techniquement possibles :

- l'antenne radiofréquence est sensiblement plane, les signaux transitant
 20 d'une face à l'autre de ladite antenne et pour au moins un canal et un sens de trajet, il correspond, à une direction d'illumination selon laquelle des moyens illuminateurs émettent et/ou reçoivent des signaux vers et depuis l'antenne, un cône de visées dites d'autocompensation vers et depuis la terre définies par une incidence commune sur le plan de l'antenne, dite
 25 incidence d'autocompensation (l'incidence d'une direction étant l'angle que fait cette direction avec la normale au plan de l'antenne), les visées d'autocompensation étant telles que les déformées de l'antenne transversalement au plan général de l'antenne et les erreurs d'attitude de l'antenne autour de tout axe contenu dans ledit plan sont sensiblement sans
 30 effet sur ces mêmes signaux déviés vers ou depuis cette visée d'autocompensation et d'effet réduit dans les directions de visée voisines ;
- l'antenne est formée d'un maillage de pavés et en ce que chaque pavé comporte au moins une portion centrale, unique pour un canal donné et un

PROCEDE DE FABRICATION D'ACIDE ADIPIQUE

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'acide adipique, plus particulièrement de cristaux d'acide adipique.

5 Elle est relative plus concrètement à un procédé de traitement des cristaux d'acide adipique obtenus en sortie de cristallisation.

L'acide adipique est un grand produit intermédiaire, notamment dans le domaine des polymères et plus particulièrement du polyamide et dans la synthèse des polyuréthanes.

10 L'acide adipique est en général synthétisé par oxydation par l'acide nitrique d'un mélange cyclohexanone/cyclohexanol en présence de catalyseurs d'oxydation comme le vanadium et le cuivre.

L'acide adipique est récupéré et purifié par des opérations successives de cristallisation.

15 Au cours de ces opérations, l'acide adipique est notamment séparé des autres acides dicarboxyliques formés comme l'acide glutarique, l'acide succinique.

Les cristaux d'acide adipique produits en sortie de cristallisation sont généralement de forme oblongue et de surface très irrégulière.

20 L'acide adipique est généralement stocké dans des fûts ou containers de grandes dimensions et éventuellement transporté sur le lieu de son utilisation par exemple les installations de fabrication de polyamide ou de sel adipate d'hexaméthylène diamine.

Au cours de ce stockage et éventuellement transport, il se produit souvent un mottage, c'est-à-dire un collage de plusieurs cristaux entre eux. Ce phénomène est très pénalisant car il diminue fortement la coulabilité de l'acide adipique lors de l'alimentation des cristaux dans les installations par exemple de polymérisation.

25 Le brevet US 5 471 001 propose un procédé particulier de cristallisation de l'acide adipique avec utilisation d'ultra-sons. Les cristaux obtenus présentent une meilleure coulabilité et une faculté de "mottage" plus faible au cours du stockage et du transport.

Un des buts de la présente invention est de proposer un procédé permettant la fabrication de cristaux d'acide adipique présentant une forme et un état de surface particuliers pour obtenir une bonne coulabilité lors du chargement ou du déchargement, ou plus généralement du transport de ces cristaux, et une faculté de "mottage" diminuée.

30 A cet effet, l'invention propose un procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique consistant à traiter les cristaux obtenus après cristallisation selon un procédé comprenant les étapes de disperser lesdits cristaux dans un milieu liquide, d'agiter ledit milieu liquide pendant une durée déterminée pour obtenir la forme et l'état de surface des cristaux désirés, puis à séparer lesdits cristaux traités dudit milieu liquide.

Selon une autre caractéristique de l'invention le milieu liquide est de préférence de l'eau ou un mélange eau/acide acétique en toutes proportions.-

Les conditions de température pour la mise en œuvre de ce traitement, et notamment pendant l'étape d'agitation du milieu liquide ne sont pas critiques.

- 5 Toutefois, il est préférable que dans le domaine de température choisi, la solubilité de l'acide adipique dans le milieu liquide reste faible, par exemple à une valeur inférieure à, environ, 2 g/l à 20°C. Le domaine de température préféré de l'invention est compris entre 20°C à 70°C, avantageusement entre 20°C et 60°C.

- 10 Dans certains cas, il pourra être avantageux de refroidir le milieu liquide à une température inférieure à 20°C, avant de séparer les cristaux dudit milieu liquide.

De même, la puissance de l'agitation devra être suffisante pour éviter des gradients de concentration trop importants en acide adipique ou autres composés contenus dans le milieu. Toutefois, cette puissance ne devra pas être trop élevée pour éviter de casser les cristaux.

- 15 Selon une nouvelle caractéristique de l'invention, la concentration pondérale en cristaux d'acide adipique dans le milieu liquide est supérieure à 5 % (rapport masse solide/ masse solide + masse liquide) et avantageusement entre 5 % et 60 % en poids.

- 20 La concentration en cristaux peut avoir une influence sur le résultat du traitement. En effet, plus le nombre de cristaux est important, plus l'effet de lissage de la surface de ceux-ci pourra être important. Toutefois, une concentration trop élevée peut être néfaste au procédé car elle ne permettra pas d'obtenir un effet de lissage correct, et peut entraîner une agglomération de cristaux entre eux.

- 25 Selon l'invention, il est préférable que les cristaux d'acide adipique destinés à être dispersés présentent une taille moyenne comprise entre 100 µm et 1000 µm, avantageusement entre 200 et 700 µm.

Ces cristaux peuvent être soumis à un broyage préalable, si leur taille moyenne après cristallisation est trop élevée.

Après traitement selon le procédé, les cristaux ont une taille moyenne comprise entre 50 µm et 1000 µm environ.

- 30 Toutefois, les tailles moyennes précisées ci-dessus ne sont indiquées qu'à titre d'illustration et correspondent aux domaines préférentiels. Le procédé de l'invention peut également s'appliquer à des cristaux de taille moyenne inférieure ou supérieure.

- 35 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le traitement des cristaux est obtenu par mise en mouvement du milieu liquide. Cette mise en mouvement du milieu liquide peut être une agitation de celui-ci réalisée par un ou plusieurs agitateurs présentant des formes de mobile variées et classiquement utilisées dans le domaine de l'agitation des suspensions.

Pour améliorer l'effet du traitement, des chicanes peuvent être disposées dans le réacteur contenant le milieu liquide.

Cette mise en mouvement du milieu liquide peut également être obtenue par une mise en rotation du milieu liquide dans un dispositif du type essoreuse ou centrifugeuse.

5 Enfin de manière générale, l'invention comprend tous les moyens et dispositifs capables de mettre en mouvement un liquide dans un réacteur ou une cuve. En effet, d'autres installations ou dispositifs que ceux décrits ci-dessus pourraient être utilisés sans sortir pour cela du cadre de l'invention.

10 Par ailleurs, le procédé de l'invention permet accessoirement de réaliser un lavage des cristaux d'acide adipique. Ainsi, la teneur en acide nitrique est fortement diminuée.

Les cristaux d'acide adipique traités selon le procédé de l'invention présente une forme de galet à surface lisse. Les galets ont des formes variées, notamment oblongues ne présentant aucune arête vive.

15 Les cristaux ainsi traités présentent une faible tendance au mottage. En outre, leur forme sans arête vive et leur surface lisse permettant d'obtenir un déplacement aisé d'un agglomérat par rapport à l'autre quand ils sont isolés du milieu liquide et séchés.

De ce fait, les cristaux d'acide adipique obtenus par le procédé de l'invention présentent une excellente coulabilité et une très faible faculté de mottage.

20 Il est donc possible de stocker et transporter ces produits pendant des durées longues et dans des conditions d'atmosphère non contrôlées.

Le remplissage des containers de stockage et de transport est aisé ainsi que le déstockage ou l'alimentation dans des réacteurs.

L'invention sera mieux illustrée au vu des exemples ci-dessous donnés uniquement à titre indicatif et en référence aux figures annexées dans lesquelles :

25 - la figure 1 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20, d'un échantillon de cristaux d'acide adipique non traité par le procédé de l'invention, et

30 -- la-figure 2 représente une vue réalisée au microscope à balayage électronique avec un facteur de grossissement de 20 d'un échantillon des cristaux représentés à la figure 1 après traitement par le procédé de l'invention.

35 Des cristaux d'acide adipique obtenus par cristallisation à partir d'une solution aqueuse d'acide adipique ont une taille moyenne de 600 μm . La forme de ces cristaux est illustrée à la figure 1. Ces cristaux forment des blocs de forme oblongue présentant une surface très irrégulière comprenant des petits grains collés ou agglomérés en surface et de nombreuses fissures ou cavités. 200 g de cristaux sont dispersés dans 330 g d'eau contenue dans une cuve équipée d'un agitateur. La concentration des cristaux dans le milieu liquide est de 40 % en poids.

Le mélange est maintenu sous agitation pendant une heure à une température de -25°C.

Après filtration et séchage en lit fluidisé à 100°C pendant une heure, les cristaux d'acide adipique obtenus présentent une taille moyenne de 600 μm .

5 L'aspect de ces cristaux, illustré par la figure 2, démontre clairement l'effet du procédé de l'invention. En effet, les cristaux ont toujours une forme de galet oblongue, mais leur surface est lisse avec peu de particules collées.

Après un stockage des cristaux dans un emballage classique pendant plusieurs jours dans une atmosphère normale, leur alimentation dans un réacteur n'a posé aucun
10 problème. Aucune agglomération ou mottage n'a été constaté.

REVENDEICATIONS

1 - Procédé de fabrication de cristaux d'acide adipique à partir d'acide adipique obtenu par cristallisation caractérisé en ce qu'il consiste à disperser les cristaux d'acide adipique recueillis en sortie de cristallisation dans un milieu liquide, en agitant ledit milieu liquide puis à séparer lesdits cristaux dudit milieu liquide.

2 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le milieu liquide est de l'eau ou un mélange eau/acide acétique.

10

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la température du milieu liquide est comprise entre 20°C et 70°C.

4 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est supérieure ou égale à 5 %.

15

5 - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la concentration pondérale en acide adipique dans le milieu liquide est comprise entre 5 % et 60 %.

20

6 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux d'acide adipique avant dispersion ont une taille moyenne comprise entre 100 μm et 1000 μm .

25

7 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les cristaux séparés de la dispersion ont une taille comprise entre 50 μm et 1000 μm .

30

8 - Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le milieu liquide est refroidi avant la séparation des cristaux traités.

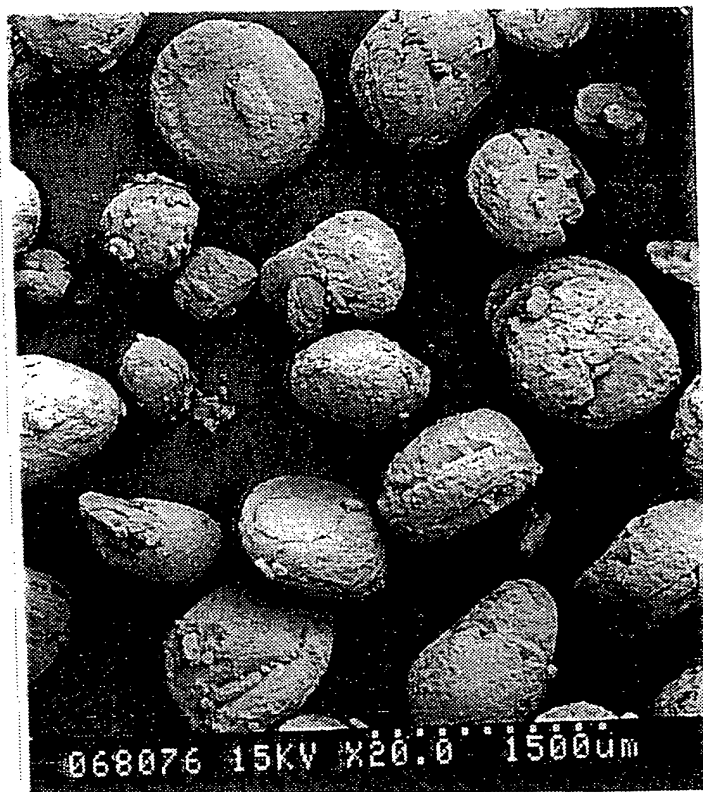


Fig. 1

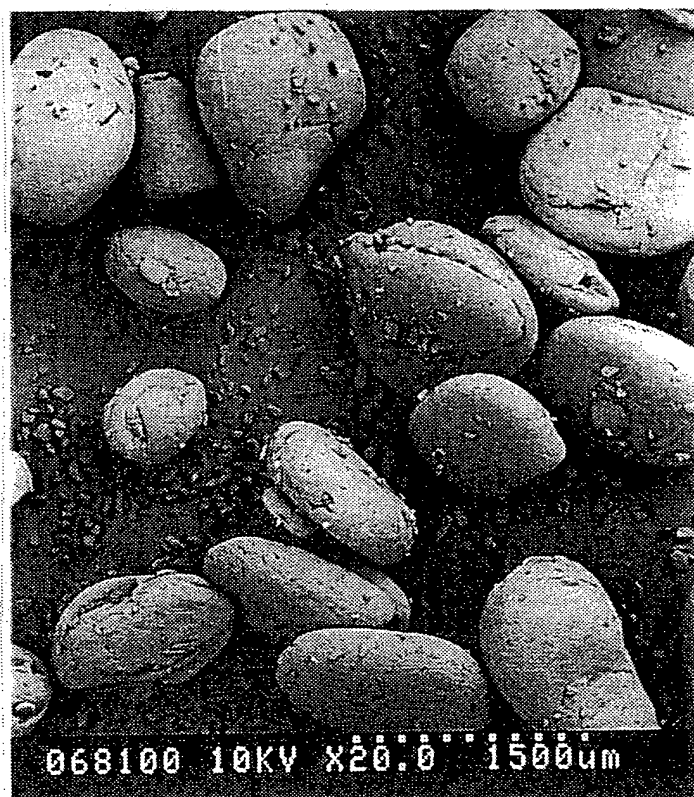


Fig. 2